

11.11.2004

Europäisches  
PatentamtEuropean  
Patent OfficeOffice européen  
des brevets

REC'D 16 DEC 2004

WIPO PCT

**Bescheinigung****Certificate****Attestation**

Die angehefteten Unterlagen stimmen mit der ursprünglich eingereichten Fassung der auf dem nächsten Blatt bezeichneten europäischen Patentanmeldung überein.

The attached documents are exact copies of the European patent application described on the following page, as originally filed.

Les documents fixés à cette attestation sont conformes à la version initialement déposée de la demande de brevet européen spécifiée à la page suivante.

**Patentanmeldung Nr. Patent application No. Demande de brevet n°**

03104277.3

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Der Präsident des Europäischen Patentamts;  
Im Auftrag

For the President of the European Patent Office

Le Président de l'Office européen des brevets  
p.o.

R C van Dijk



Anmeldung Nr:  
Application no.: 03104277.3  
Demande no:

Anmelde tag:  
Date of filing: 19.11.03  
Date de dépôt:

## Anmelder/Applicant(s)/Demandeur(s):

Ciba Specialty Chemicals Holding Inc.  
Klybeckstrasse 141  
4002 Basel  
SUISSE

Bezeichnung der Erfindung/Title of the invention/Titre de l'invention:  
(Falls die Bezeichnung der Erfindung nicht angegeben ist, siehe Beschreibung.  
If no title is shown please refer to the description.  
Si aucun titre n'est indiqué se referer à la description.)

## Verfahren zur Erhöhung der Farbtiefe

In Anspruch genommene Priorität(en) / Priority(ies) claimed /Priorité(s)  
revendiquée(s)  
Staat/Tag/Aktenzeichen/State/Date/File no./Pays/Date/Numéro de dépôt:

Internationale Patentklassifikation/International Patent Classification/  
Classification internationale des brevets:

D06P/

Am Anmelde tag benannte Vertragstaaten/Contracting states designated at date of  
filling/Etats contractants désignées lors du dépôt:

AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HU IE IT LU MC NL  
PT RO SE SI SK TR LI

Verfahren zur Erhöhung der Farbtiefe

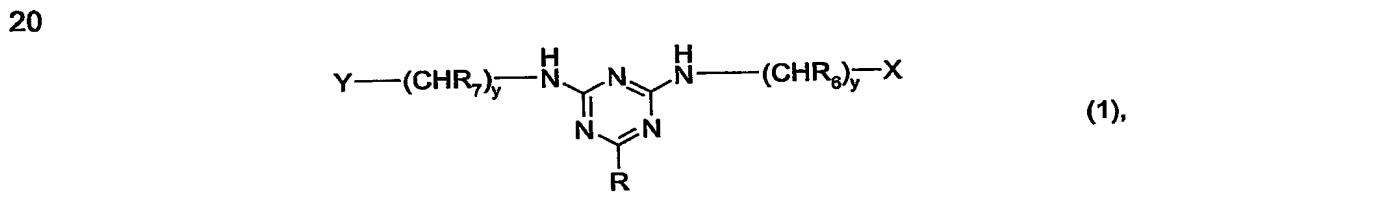
Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erhöhung der Farbtiefe von gefärbten natürlichen oder synthetischen Polyamidfasermaterialien durch Behandlung mit aminosubstituierten Triazinderivaten vor, während oder nach der Färbung.

5        Beim Färben von Polyamidfasern, insbesondere Polyamid-Mikrofasern, lassen sich durch die Verwendung von Säurefarbstoffen dunkle Nuancen erzielen, allerdings auf Kosten von guten Waschechtheiten.

10      Umgekehrt erhält man gute Waschechtheiten beim Färben mit Reaktiv-Farbstoffen, wobei allerdings kaum dunkle Nuancen erhalten werden.

Es wurde nun gefunden, dass man dunkle Nuancen mit hoher Waschechtheit erzielen kann, wenn das Polyamidfasermaterial vor, während oder nach der Färbung mit einer Flotte enthaltend spezifische aminosubstituierte Triazine behandelt wird.

15      Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Erhöhung der Farbtiefe von gefärbten natürlichen oder synthetischen Polyamidfasermaterialien, dadurch gekennzeichnet, dass man das Fasermaterial vor, während oder nach der Färbung mit einer Flotte behandelt, enthaltend eine Verbindung der Formel (1)



worin R Halogen, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Aryl, C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkyl, -OR<sub>1</sub> oder -NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> bedeutet, wobei R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> unabhängig voneinander für Wasserstoff, unsubstituiertes oder mit einer oder mehreren Hydroxy-, Amino-, Carboxyl-, Sulfo-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylsulfonyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Arylsulfonyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkylsulfonylgruppen substituiertes C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, unsubstituiertes oder mit einer oder mehreren Hydroxy-, Amino-, Carboxyl-, Sulfo-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylsulfonyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Arylsulfonyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkylsulfonylgruppen substituiertes C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Aryl oder unsubstituiertes oder mit einer oder mehreren Hydroxy-, Amino-, Carboxyl-, Sulfo-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylsulfonyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Arylsulfonyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkylsulfonylgruppen substituiertes C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkyl stehen,

X und Y unabhängig voneinander Mercapto,  $-\text{NR}_3\text{R}_4$  oder  $-\text{N}^+\text{R}_3\text{R}_4\text{R}_5 \text{A}^-$  darstellen, worin  $\text{R}_3$ ,  $\text{R}_4$  und  $\text{R}_5$  unabhängig voneinander Wasserstoff oder  $\text{C}_1\text{-C}_{12}\text{-Alkyl}$  bedeuten und  $\text{A}^-$  für Chlorid, Bromid, Iodid, Sulfat oder Methylsulfat steht,

$\text{R}_6$  und  $\text{R}_7$  unabhängig voneinander Wasserstoff oder  $\text{C}_1\text{-C}_{12}\text{-Alkyl}$  darstellen

5 und x und y unabhängig voneinander Zahlen von 2 bis 12 sind.

$\text{C}_1\text{-C}_{12}\text{-Alkyl}$  als R oder einer der Reste  $\text{R}_1$  -  $\text{R}_5$  kann beispielsweise Methyl, Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, neo-Pentyl, n-Hexyl, n-Octyl, n-Decyl oder n-Dodecyl sein.

10

$\text{C}_6\text{-C}_{24}\text{-Arylgruppen}$  als R oder einer der Reste  $\text{R}_1$  -  $\text{R}_5$  sind zum Beispiel Phenyl, 3-Amino-4-sulfophenyl, Tollyl, Mesityl, Isityl, Naphthyl und Anthryl.

Geeignete  $\text{C}_6\text{-C}_{24}\text{-Aralkylgruppen}$  sind beispielsweise Benzyl und 2-Phenylethyl.

15

Vorzugsweise werden in dem erfindungsgemäßen Verfahren Verbindungen der Formel (1) eingesetzt, worin x und y gleich sind.

In bevorzugten Verbindungen der Formel (1) bedeuten x und y 3, 4 oder 6.

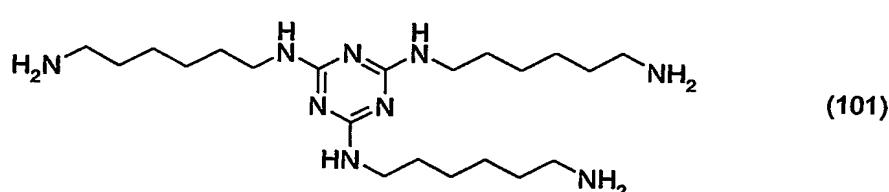
20

Weiterhin bevorzugt sind Verbindungen der Formel (1), worin X und Y gleich sind.

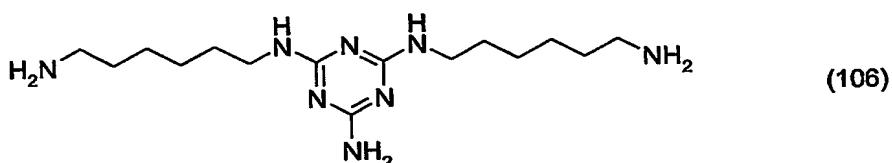
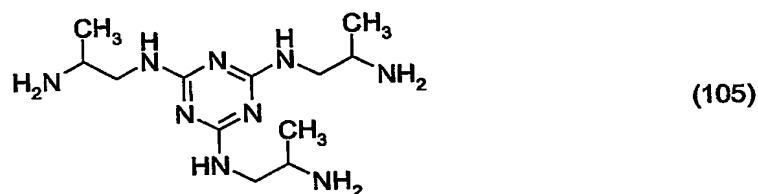
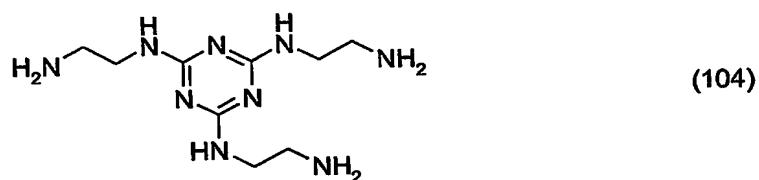
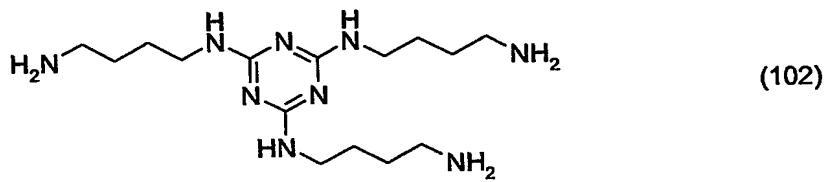
Besonders bevorzugt sind Verbindungen der Formel (1) verwendet wird, worin R eine Gruppe der Formel  $-\text{NH}-(\text{CHR}_8)_z\text{-Z}$  bedeutet, worin  $\text{R}_8$  Wasserstoff oder  $\text{C}_1\text{-C}_{12}\text{-Alkyl}$

25 bedeutet, Z für Hydroxy, Mercapto oder Amino steht und z eine Zahl von 2 bis 12 ist.

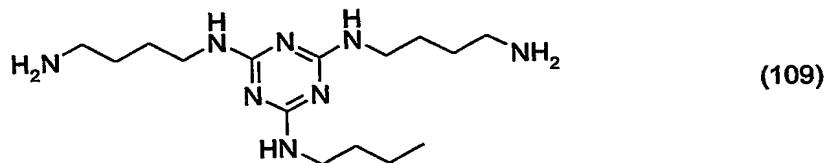
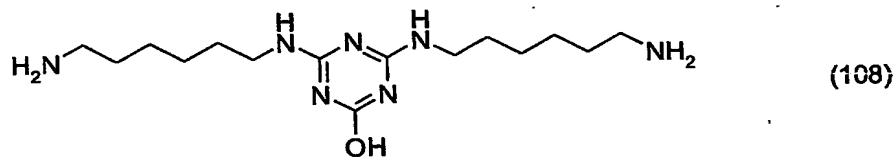
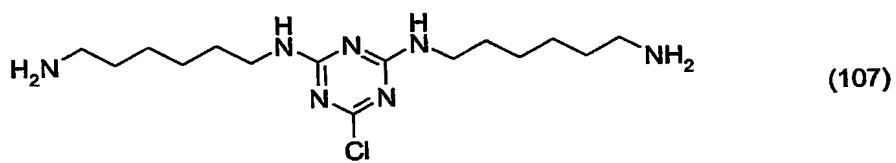
Beispiele für geeignete Verbindungen der allgemeinen Formel (1) sind die Verbindungen der Formeln (101) – (112)

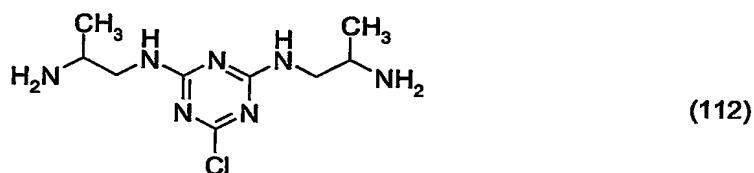
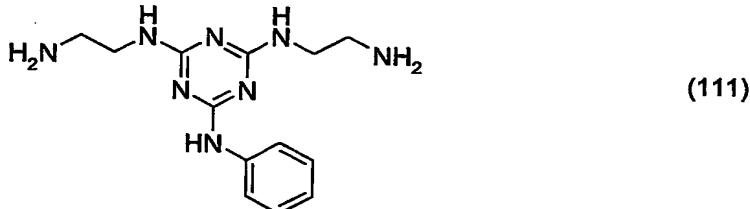
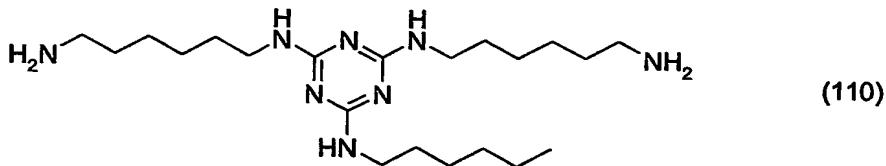


30



5





5

Besonders bevorzugte Verbindungen der allgemeinen Formel (1) sind die Verbindungen der Formeln (101), (102), (103), (105) und (112).

Die Verbindungen der Formel (1) sind bekannt oder können nach bekannten Methoden  
10 hergestellt werden, beispielsweise indem man Cyanurchlorid nacheinander mit einer  
Verbindung der Formel  $X-(CHR_6)_x-NH_2$ , einer Verbindung der Formel  $Y-(CHR_7)_y-NH_2$  und  
einer Verbindung der Formel  $R_1-NH_2$  umsetzt, worin X, Y, x, y, R<sub>1</sub>, R<sub>6</sub> und R<sub>7</sub> die oben  
angegebene Bedeutung haben.

15 Die im erfindungsgemäßen Verfahren verwendeten Verbindungen der Formel (1) werden  
unabhängig vom Flottenverhältnis zweckmäßig in einer Menge von 0,01 bis 15 Gew.-%,  
vorzugsweise 0,1 bis 10 Gew.-% und besonders bevorzugt 0,5 bis 7 Gew.-%, bezogen auf  
das Gewicht des Polyamidfasermaterials, eingesetzt.

20 Die Behandlung des Polyamidfasermaterials mit den Verbindungen der Formel (1) kann  
nach, während oder vorzugsweise vor dem Färben erfolgen.

Erfolgt die Behandlung des Polyamidfasermaterials mit den aminosubstituierten  
Triazinderivaten während des Färbevorgangs, so führt man das erfindungsgemäße

Verfahren vorteilhafterweise so aus, dass man die Verbindung der Formel (1) der Färbeflotte in der zuvor angegebenen Menge zusetzt und das Fasermaterial in üblicher Weise färbt.

Vorzugsweise erfolgt die Behandlung des Polyamidfasermaterials mit den

5 aminosubstituierten Triazinderivaten jedoch vor dem Färben. Nach der Vorbehandlung wird das Textilmaterial zweckmäßig mit Wasser bei RT (Raumtemperatur) oder leicht erhöhter Temperatur gespült.

Als Polyamidfasermaterial kommt natürliches Polyamidfasermaterial, wie z.B. Wolle oder  
10 Seide, oder synthetisches Polyamidfasermaterial, wie z.B. Polyamid 6 oder Polyamid 6,6, oder Fasermischungen wie z.B. Wolle/Cellulose- oder Polyamid/Cellulose-Mischfasern oder Polyamid/Wolle-Mischfasern in Betracht. Bevorzugt handelt es sich bei dem Fasermaterial um synthetisches Polyamidfasermaterial, insbesondere um Mikrofasern.

15 Das Textilgut ist in jeglicher Form anwendbar, z.B. als Faser, Garn, Gewebe oder Gewirke.

Die Behandlung des Polyamidfasermaterials mit den aminosubstituierten Triazinderivaten erfolgt bevorzugt nach dem Ausziehverfahren. Das Flottenverhältnis kann dabei innerhalb eines weiten Bereichs gewählt werden und beträgt z.B. 1:4 bis 1:100, vorzugsweise 1:10 bis  
20 1:40 und insbesondere 1:5 bis 1:40.

Besondere Vorrichtungen sind nicht erforderlich. Es können z.B. die üblichen Färbeapparate, z.B. offene Bäder, Haspelkufen, Jigger oder Paddel-, Düsen- oder Zirkulationsapparate, verwendet werden.

25 Man arbeitet zweckmäßig bei einer Temperatur von z.B. 20 bis 130°C, vorzugsweise 50 bis 120°C und insbesondere 60 bis 100°C. Die Behandlungszeit kann z.B. 10 bis 60 Minuten und vorzugsweise 15 bis 40 Minuten betragen. Der pH-Wert der Flotte liegt in der Regel bei 7 bis 13, vorzugsweise bei 8 bis 12,5 und insbesondere bei 10 bis 12.

30 Die Flotte kann außer dem erfindungsgemäßen Hilfsmittel weitere übliche Zusätze, z.B. Elektrolyte wie z.B. Natriumchlorid oder Natriumsulfat, Dispergier- und Netzmittel, pH-Regulatoren sowie Entschäumer, enthalten.

Die Färbungen erfolgen beispielsweise mit anionischen Farbstoffen oder Reaktivfarbstoffen, wobei alle üblichen anionischen Farbstoffe oder Reaktivfarbstoffe, wie sie z.B. in Colour Index, 3. Auflage (1971) beschrieben sind, in Frage kommen.

5 Beispiele für anionische Farbstoffe sind sulfogruppenhaltige Monoazo-, Polyazo-, Metallkomplexazo-, Anthrachinon-, Phthalocyanin- oder Formazanfarbstoffe.

Die zum Färben des Polyamidfasermaterials verwendeten anionischen Farbstoffe liegen entweder in der Form ihrer freien Sulfonsäure oder vorzugsweise als deren Salze vor.

10

Die zum Färben des Polyamidfasermaterials verwendeten Farbstoffe können weitere Zusätze, wie z.B. Kochsalz oder Dextrin, enthalten.

Das Färben des Polyamidfasermaterials kann gemäß den üblichen Färbe- bzw.

15 Druckverfahren, beispielsweise nach dem Padding- oder Ausziehverfahren, durchgeführt werden. Die Färbelotten oder Druckpasten können außer Wasser und den Farbstoffen weitere Zusätze, beispielsweise Netzmittel, Antischaummittel, Egalisiermittel oder die Eigenschaft des Textilmaterials beeinflussende Mittel wie z.B. Weichmacher, Flammenschutzmittel oder schmutz-, wasser- und öl-abweisende Mittel sowie  
20 wasserenthärtende Mittel und natürliche oder synthetische Verdicker, wie z.B. Alginate und Celluloseäther, enthalten.

Die Mengen, in denen Farbstoffe in den Färbebädern verwendet werden, können je nach der gewünschten Farbtiefe in weiten Grenzen schwanken, im allgemeinen haben sich Mengen

25 von 0,01 bis 15 Gew.-%, insbesondere 0,01 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Färbegut als vorteilhaft erwiesen.

Vorzugsweise erfolgt das Färben mit anionischen Farbstoffen oder Reaktiv-Farbstoffen bei einem pH-Wert von 1 bis 8 und insbesondere 2 bis 7. Das Flottenverhältnis kann innerhalb

30 eines weiten Bereichs gewählt werden, z.B. von 1:3 bis 1:50, vorzugsweise 1:5 bis 1:30.

Vorzugsweise färbt man bei 50 bis 130°C und insbesondere bei 80 bis 120°C.

Man erhält nach dem erfindungsgemäßen Verfahren Färbungen von Farbstoffen, z.B. anionischen Farbstoffen oder Reaktiv-Farbstoffen, auf Polyamidfasermaterial, welche eine

erhebliche Verbesserung in Bezug auf die Farbtiefe aufweisen, ohne dass die Waschechtheiten oder die Lichtechtheiten negativ beeinflusst werden.

Einen weiteren Erfindungsgegenstand bildet ein Textilhilfsmittel enthaltend eine wässrige

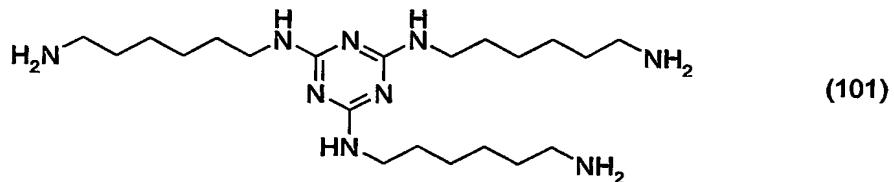
5 Lösung einer Verbindung der Formel (1).

Die erfindungsgemäßen Textilhilfsmittel können als weitere Zusatzstoffe beispielsweise Netzmittel, Dispergiermittel oder pH-Regulatoren enthalten.

10 Die nachfolgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung. Die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben, Teile sind Gewichtsteile, die Prozentangaben beziehen sich auf Gewichtsprozente, sofern nicht anders vermerkt. Gewichtsteile stehen zu Volumenteilen im Verhältnis von Kilogramm zu Liter.

## I. Herstellungsbeispiele

### I.1. Verbindung der Formel (101)



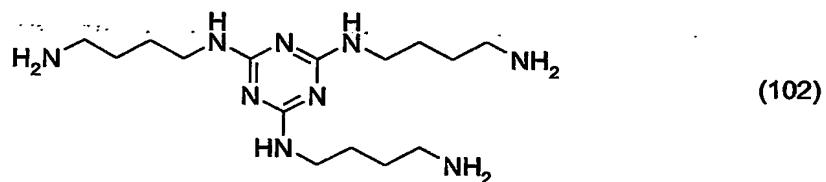
5

In einem 750 ml Sulfierkolben werden 9,22 g Cyanurchlorid, 35 g kaltes Wasser, 50 g Eis, 0,5 g Dinatriumphosphat und 1 Tropfen Irgapadol FFU (Dispergiermittel, Ciba Specialty Chemicals) vorgelegt und 30 min bei 0 – 2 °C gerührt. Dann wird eine bei 2 – 5°C mit 4N-HCl auf pH 7,5 neutralisierte Lösung von 17,6 g 1,6-Diaminohexan und 35 g Wasser zugegeben.

10 Das Gemisch wird 3 h bei 2°C gerührt, wobei der pH-Wert durch Zugabe von 1N-NaOH konstant bei 7,0 gehalten wird. Anschließend wird die Temperatur langsam auf 25°C erhöht; der pH-Wert wird weiter bei 7,0 konstant gehalten. Nach 3 h Röhren bei 25°C wird die Temperatur bei pH 7,0 sehr langsam und stufenweise bis auf 95°C erhöht. Nach 2 h Röhren bei 95°C ist die Reaktion beendet. Der Ansatz wird gekühlt und die Nebenprodukte abfiltriert.

15 Man erhält 405 g einer klaren, farblosen Lösung mit einem Aktivgehalt von 4,5%.

### I.2. Verbindung der Formel (102)



20 Analog zu Beispiel I.1 werden 9,22 g Cyanurchlorid mit 13,4 g 1,4-Diaminobutan umgesetzt. Man erhält 505 g einer klaren, farblosen Lösung mit einem Aktivgehalt von 4,1%.

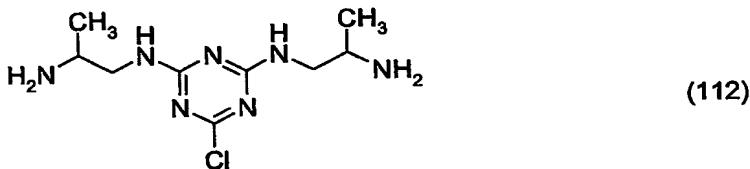
### I.3. Verbindung der Formel (103)



In einem 350 ml Sulfierkolben werden 4,61 g Cyanurchlorid, 25 g kaltes Wasser, 30 g Eis und 1 Tropfen Irgapadol FFU (Dispergiermittel, Ciba Specialty Chemicals) vorgelegt und 30 min bei 0 – 2 °C gerührt. Innerhalb von 40 min wird eine Lösung von 1,53 g Ethanolamin und 5,0 g Wasser zugetropft. Während der Zugabe wird der pH-Wert konstant bei pH 7,0 bis 7,5 gehalten. Nach der Zugabe wird die Mischung 90 min bei 2°C gerührt, wobei der pH-Wert durch Zugabe von 1N-NaOH konstant bei 7,0 gehalten wird. Anschließend wird eine bei 2 – 5°C mit 4N-HCl auf pH 7,5 neutralisierte Lösung aus 5,8 g 1,6-Diaminohexan und 10 g Wasser zugegeben. Die Temperatur wird dann sehr langsam auf 50 °C erhöht, wobei der pH-Wert bei 7,0 konstant gehalten wird. Das Gemisch wird 2 h bei 50 °C gerührt.

10 Anschließend wird die Temperatur bei pH 7,0 sehr langsam und stufenweise auf 95 °C erhöht. Nach 4 h bei 95°C ist die Reaktion beendet. Der Ansatz wird gekühlt und die Nebenprodukte werden abfiltriert.  
Man erhält 182 g einer klaren, farblosen Lösung mit einem Aktivgehalt von 2,9%.

15 I.4. Verbindung der Formel (112)



(112)

In einem 350 ml Sulfierkolben werden 18,4 g Cyanurchlorid, 30 g kaltes Wasser, 30 g Eis und 1 Tropfen Irgapadol FFU vorgelegt und 30 min. bei 0-2°C gerührt. Dann wird eine bei 2 - 5°C mit 37%-HCl auf pH 7,5 neutralisierte Lösung von 7,45 g 1,2-Diaminopropan und 20 g Wasser zugegeben. Das Gemisch wird bei 2°C gerührt, wobei der pH-Wert durch Zugabe von einer Lösung aus 7,45 g 1,2-Diaminopropan und 8,0 g Wasser konstant bei 6,5 gehalten wird. Nach Ende der Zugabe wird noch eine Stunde bei 2°C gerührt, wobei der pH-Wert durch Zugabe von 4N-NaOH konstant bei pH 6,5 gehalten wird. Anschließend wird die Temperatur langsam auf 25°C erhöht; der pH-Wert wird weiter bei 6,5 konstant gehalten.

25 Nach 2 Stunden bei 25°C ist die Reaktion beendet. Die Nebenprodukte werden filtriert.  
Man erhält 195 g einer klaren, farblosen Lösung mit einem Aktivgehalt von 16%

II. Applikationsbeispiele

30 II.1. Vorbehandlung und Färbung von Mikrofasern:

(a) Vorbehandlung

5 g Polyamid-Mikrofasergewebe (PA-Meryl Mikrofaser 5-3101) werden in eine Flotte enthaltend 5,55 g Produkt aus Herstellungsbeispiel 1 (5% Aktivprodukt bezogen auf

5 Fasergewicht) und 45 g Wasser, welche mit NaOH auf pH 11 eingestellt wird, bei RT (Raumtemperatur) eingetaucht. Die Flotte wird dann mit einer Aufheizrate von 2°C/min auf 98°C aufgeheizt. Nach 30 Minuten bei 98°C wird die Flotte mit 3°C/min auf 60°C abgekühlt. Nach der Vorbehandlung wird das Gewebe zunächst bei 25°C, dann bei 50 – 60°C mit Wasser und anschließend mit verdünnter Essigsäure (pH 6,0) bei 25°C gespült.

10

(b) Färbung

Das vorbehandelte Gewebe wird in eine mit 80%-Essigsäure auf pH 3 eingestellte Flotte enthaltend 8 % Eriofast Rot 2B (Ciba Specialty Chemicals) und 1 g/l Tinovetin JUN (Netzmittel, Ciba Specialty Chemicals) bei RT eingetaucht. Die Flotte wird dann mit einer

15 Aufheizrate von 2°C/min auf 98°C aufgeheizt. Nach 60 Minuten bei 98°C wird die Flotte mit 3°C/min auf 60°C abgekühlt.

Nach der Färbung wird das Gewebe zunächst bei 50 °C mit Wasser, dann 20 min bei 70 °C mit wässriger Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Lösung, bei 30-40 °C mit Wasser und schließlich bei RT mit verdünnter Essigsäure (0,5 ml/l Essigsäure 80%) und nochmals mit Wasser gespült.

20

II.2. Beispiel II.1. wird wiederholt unter Verwendung von 3,4 g Produkt aus Herstellungsbeispiel I.1.

II.3. Beispiel II.1. wird wiederholt unter Verwendung von 6,1 g Produkt aus

25 Herstellungsbeispiel I.2.

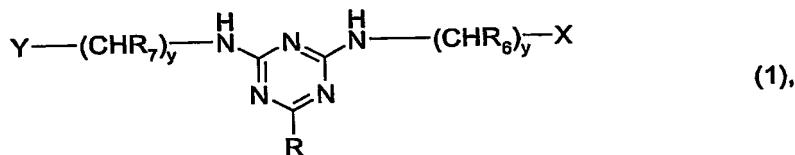
II.4. Beispiel II.1. wird wiederholt unter Verwendung von 8,7 g Produkt aus Herstellungsbeispiel I.3.

30 II.5. Beispiel II.1. wird wiederholt unter Verwendung von 1,6 g Produkt aus Herstellungsbeispiel I.4.

Es werden Färbungen mit dunklen Nuancen erhalten, ohne dass die Waschechtheit und Lichtechtheit negativ beeinflusst werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Erhöhung der Farbtiefe von gefärbten natürlichen oder synthetischen Polyamidfasermaterialien, dadurch gekennzeichnet, dass man das Fasermaterial vor, während oder nach der Färbung mit einer Flotte behandelt, enthaltend eine Verbindung der Formel (1)



10 worin R Halogen, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Aryl, C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkyl, -OR<sub>1</sub> oder -NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> bedeutet, wobei R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> unabhängig voneinander für Wasserstoff, unsubstituiertes oder mit einer oder mehreren Hydroxy-, Amino-, Carboxyl-, Sulfo-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylsulfonyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Arylsulfonyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkylsulfonylgruppen substituiertes C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, unsubstituiertes oder mit einer oder mehreren Hydroxy-, Amino-, Carboxyl-, Sulfo-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylsulfonyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Arylsulfonyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkylsulfonylgruppen substituiertes C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Aryl oder unsubstituiertes oder mit einer oder mehreren Hydroxy-, Amino-, Carboxyl-, Sulfo-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylsulfonyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Arylsulfonyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkylsulfonylgruppen substituiertes C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkyl stehen,

15 X und Y unabhängig voneinander Mercapto, -NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub> oder -N<sup>+</sup>R<sub>3</sub>R<sub>4</sub>R<sub>5</sub>A<sup>-</sup> darstellen, worin R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub> und R<sub>5</sub> unabhängig voneinander Wasserstoff oder C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl bedeuten und A<sup>-</sup> für Chlorid, Bromid, Iodid, Sulfat oder Methylsulfat steht,

20 R<sub>6</sub> und R<sub>7</sub> unabhängig voneinander Wasserstoff oder C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl darstellen und x und y unabhängig voneinander Zahlen von 2 bis 12 sind.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Verbindung der Formel (1) verwendet wird, worin x und y gleich sind.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass eine Verbindung der Formel (1) verwendet wird, worin x und y 3, 4 oder 6 bedeuten.

30 4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass eine Verbindung der Formel (1) verwendet wird, worin X und Y gleich sind.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass eine Verbindung der Formel (1) verwendet wird, worin R eine Gruppe der Formel -NH-(CH<sub>2</sub>)<sub>z</sub>-Z bedeutet, worin Z für Hydroxy, Mercapto oder Amino steht und z eine Zahl von 2 bis 12 ist.

5

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung der Formel (1) in einer Menge von 0,01 bis 15 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des Polyamidfasermaterials, in der Flotte vorhanden ist.

10 7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man das Fasermaterial vor der Färbung behandelt.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man die Behandlung mit der die Verbindung der Formel (1) enthaltenden Flotte bei einer 15 Temperatur von 20 bis 130 °C durchführt.

9. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorbehandlung bei pH 7 - 13 erfolgt.

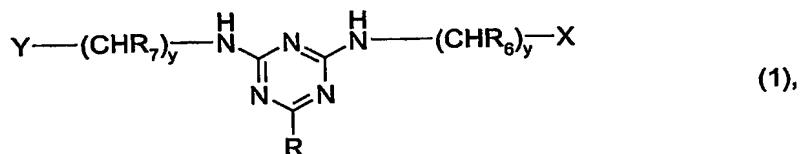
20 10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Behandlung mit der die Verbindung der Formel (1) enthaltenden Flotte nach dem Ausziehverfahren erfolgt.

25 11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Polyamidfasermaterial in Form von Mikrofasern vorliegt.

12. Textilhilfsmittel enthaltend eine wässrige Lösung einer Verbindung der Formel (1) gemäß Anspruch 1.

## Zusammenfassung

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Erhöhung der Farbtiefe von gefärbten natürlichen oder synthetischen Polyamidfasermaterialien, dadurch gekennzeichnet, dass man das Fasermaterial vor, während oder nach der Färbung mit einer Flotte behandelt, enthaltend eine Verbindung der Formel (1)



worin R Halogen, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Aryl, C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkyl, -OR<sub>1</sub> oder -NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> bedeutet, wobei R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> unabhängig voneinander für Wasserstoff, unsubstituiertes oder mit einer oder mehreren Hydroxy-, Amino-, Carboxyl-, Sulfo-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylsulfonyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Arylsulfonyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkylsulfonylgruppen substituiertes C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl, unsubstituiertes oder mit einer oder mehreren Hydroxy-, Amino-, Carboxyl-, Sulfo-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylsulfonyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Arylsulfonyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkylsulfonylgruppen substituiertes C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Aryl oder unsubstituiertes oder mit einer oder mehreren Hydroxy-, Amino-, Carboxyl-, Sulfo-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylsulfonyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>24</sub>-Arylsulfonyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkylsulfonylgruppen substituiertes C<sub>6</sub>-C<sub>36</sub>-Aralkyl stehen, X und Y unabhängig voneinander Mercapto, -NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub> oder -N<sup>+</sup>R<sub>3</sub>R<sub>4</sub>R<sub>5</sub>A<sup>-</sup> darstellen, worin R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub> und R<sub>5</sub> unabhängig voneinander Wasserstoff oder C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl bedeuten und A<sup>-</sup> für Chlorid, Bromid, Iodid, Sulfat oder Methylsulfat steht, R<sub>6</sub> und R<sub>7</sub> unabhängig voneinander Wasserstoff oder C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl darstellen und x und y unabhängig voneinander Zahlen von 2 bis 12 sind.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:



**BLACK BORDERS**



**IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**



**FADED TEXT OR DRAWING**



**BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**



**SKEWED/SLANTED IMAGES**



**COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**



**GRAY SCALE DOCUMENTS**



**LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**



**REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**



**OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**